

## ПУБЛИКАЦИИ ПО АНАЛИТИКЕ В ЖУРНАЛЕ "ЗАВОДСКАЯ ЛАБОРАТОРИЯ" (№ № 6-8 за 1999 год)

Ю.М.Полежаев

Уральский государственный технический университет  
620002, Екатеринбург, Мира, 19

В указанных номерах журнала "Заводская лаборатория" по разделу "Анализ вещества" опубликовано 18 статей, распределение их по методам приведено ниже.

### 1. ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ АНАЛИЗА

#### 1.1. Электрохимические методы анализа

##### 1.1.1. Потенциометрический анализ

Экстракционно-потенциометрическое определение фенола и крезолов в бутанольных экстрактах. *Е.А.Подолкина, Я.И.Коренман. № 6. С. 3-4.*

Изучена экстракция фенола и крезолов бутиловыми спиртами в присутствии сульфата лития. Рекомендованы системы для их практически полного извлечения из водно-солевых растворов. Получены кривые потенциометрического титрования фенолов в экстрактах на основе трет.бутилового спирта. Предложен способ потенциометрического определения фенола и крезолов в неводном экстракте.

Контроль содержания платины и палладия в блочных катализаторах потенциометрическим методом. *Л.И.Торопов, О.Ю.Башмакова, А.М.Макаров. № 6. С. 5-7.*

Рассмотрена проблема платины и палладия при их совместном присутствии в блочных катализаторах, созданных на основе сотовых и высокопористых ячеистых материалов, методом потенциометрического титрования. Проверено влияние мешающих элементов, а также азотной и хлористоводородной кислот на величину скачка потенциала индикаторного электрода. Найдены оптимальные условия титрования с использова-

**Полежаев Юрий Михайлович - заведующий кафедрой аналитической химии Уральского Государственного технического университета, доктор технических наук, профессор.**

**Область научных интересов: химия, технология и анализ веществ и материалов на основе редких металлов.**

**Автор свыше 420 научных и методических публикаций, в том числе 48 авторских свидетельств, 2 монографий и 2 учебных пособий.**

нием различных титрантов. На основании проведенных исследований осуществлено совместное титрование Pt, Pd из одной аликвотной части раствора. Разработанная методика апробирована на каталитических блоках, применяемых в промышленности, энергетике и транспорте.

Прибор для раздельного определения сероводорода.

диоксида серы, аммиака в рабочей зоне и бытовых помещениях. *С.И.Кричмар, Л.П.Бурлова, В.М.Безпальченко. №7. С. 12-14.*

Описан сенсор для раздельного определения основных загрязняющих атмосферу ингредиентов: сероводорода, аммиака и диоксида серы. Сенсор работает как концентрационный гальванический элемент с сульфидномедными электродами.

##### 1.1.2. Вольтамперометрический анализ

Вольтамперометрическое определение сахара в винах и виноматериалах на медном электроде. *Ю.Н.Баканина, И.Ф. Абдуллин, Г.К. Будников, И.М. Фицев, М.Д.Хабибуллин. №6. С. 8-10.*

Описана методика вольтамперометрического определения сахара в винах и виноматериалах на металлическом медном электроде на фоне 0.5 М NaOH. Способ имеет достаточно высокую воспроизводимость ( $s_r \leq 0.04$ ) и позволяет существенно сократить продолжительность анализа.

О возможности вольтамперометрического определения валентного состояния титана в поверхностном слое его карбидов, нитридов и карбонитридов. *Д.И.Курбатов, Л.Ю.Булдакова, В.А.Жиляев. № 6. С. 10-12.*

Изучена возможность применения метода вольтамперометрии с угольно-пастовым электроактивным электродом (УПЭЭ) для определения валентного состояния титана в поверхностном слое его химически стойких труднорастворимых карбидов, нитридов и карбонитридов. Определение проведено без перевода исследуемых веществ в раствор. Показано, что титан в поверхностном слое этих соединений находится в трех- и четырехвалентном состоянии, содержание трехвалентного титана возрастает в ряду  $TiC - TiCN - TiN$ .

Учет микропримесей фона при расчете концентрации вещества в вольтамперометрическом анализе. *А.И.Горбев, Д.И.Давлетчин, Л.Н.Быкова, Р.М.-Ф.Салихджанова. № 6. С. 12-13.*

Описан метод учета микропримесей определяемого вещества в холостом опыте без его регистрации. Способ предполагает регистрацию вольтамперограмм пробы и добавки, двойной пробы и добавки и проведение арифметических действий, в результате которых влияние микропримесей фона исключается.

Электрокаталитическое определение органических тиокарбонильных соединений на модифицированном фталоцианином кобальта угольно-пастовом электроде. *Л.Г.Попеску, Л.Г.Шайдарова, Г.К.Будников. № 7. С. 10-12.*

Приведены результаты исследования вольтамперометрического поведения органических тиокарбонильных соединений (тиомочевина, тиоацетамида, тиобензамида и дитиооксамида) на угольном пастовом электроде с включенным комплексом фталоцианина кобальта. Установлено, что электрод дает воспроизводимые вольтамперограммы и может быть использован для аналитического определения органических соединений, содержащих тионную группу.

#### 1.2. Атомно-абсорбционный анализ

Сорбционно-атомно-абсорбционное определение  $Ag$ ,  $Au$ ,  $Pd$  и  $Pt$  в меди, медных рудах и концентратах. *В.Н.Лосев, Н.В.Мазняк. № 6. С. 14-17.*

Описана комбинированная сорбционно-атомно-абсорбционная методика определения  $Ag$ ,  $Au$ ,  $Pd$  и  $Pt$  в меди, медных рудах и концентратах, включающая сорбционное выделение благородных металлов, элюирование и последующее атомно-абсорбционное определение. Для сорбционно-выделения, концентрирования и отделения благородных металлов от цветных из растворов после кислотного вскрытия образцов предложено использовать кремнезем, химически модифицированный  $N$ -аллил- $N$ -пропилтиомочевинной. Методика проверена анализом стандартных об-

разцов состава сплава меди с благородными металлами, медно-нике-левой руды ВТ-1 и медного концентрата КМ-1.

Исследование аналитических характеристик атомно-абсорбционного спектрофотометра С-600. *А.Н.Кулик, М.И.Захарев, А.Н.Дедик. № 6. С. 17-19.*

Описаны возможности атомно-абсорбционного спектрофотометра С-600 с корректором фона на основе эффекта Зеемана. Приведены результаты измерений характеристических масс элементов  $Cd$ ,  $Cu$ ,  $Mn$ ,  $Pb$  для различных режимов работы приборов, а также аналогичные данные, полученные на других приборах, в которых используется метод электротермической атомизации пробы. Обозначена область применения прибора с учетом его особенностей.

#### 1.3. Хроматографический анализ

Реакционно-сорбционное концентрирование в анализе загрязнений воздуха (Обзор). *Ю.С.Другов. № 7. С. 2-9.*

Показана возможность повышения газохроматографической идентификации компонентов сложных смесей загрязнений воздуха с помощью приемов реакционно-сорбционного концентрирования (РСК). Метод РСК используют при определении приоритетных загрязняющих веществ органической и неорганической природы

Хроматография как научная дисциплина. *В.Г.Березкин. № 8. С. 2-11.*

В статье рассмотрены изменения термина "хроматография", начиная с определения, которое дал М.С. Цвет в своих первых работах, и кончая последними определениями, предложенными комиссиями ИЮПАК и Научного совета РАН по хроматографии. Проанализированы недостатки официальных определений и предложено новое обобщенное определение хроматографии как научной дисциплины, в котором учтены основные идеи определения М.С. Цвета.

## 2. ФИЗИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ АНАЛИЗА

### 2.1. Масс-спектральный анализ

Экспериментальное изучение матричных ионизационных влияний в методе масс-спектрометрии с "холодной" индуктивно-связанной плазмой. *А.А.Пупышев, Н.Л.Васильева, С.В.Голик. № 8. С. 12-15.*

В режиме "холодной" плазмы ( $T = 2500-3000\text{ K}$ ) метода масс-спектрометрии с индуктивно-связанной плазмой изучена зависимость чувствительности регистрации ионов от их атомных масс, потенциалов ионизации элементов и энергий диссоциации их монооксидов. Показано, что матричные ионизационные влияния определя-

ются потенциалом ионизации, массой атомов матричных элементов и могут наблюдаться уже при их концентрации выше  $10^{-6}$  М. Данный режим можно использовать для высокочувствительного определения К, Са, Fe и других элементов с потенциалом ионизации менее 8 эВ только в случае анализа растворов с низким содержанием солей.

Элементный анализ крахмалопродуктов методом лазерной масс-спектрометрии. *С.Н.Данильченко, Ю.В.Розульский, Л.Ф.Суходуб. № 8. С. 16-19.*

Показана возможность количественного элементного анализа методом лазерной масс-спектрометрии веществ с органической матрицей на основе полисахаридов типа  $(C_6H_{10}O_5)_n + X$  где X – минеральная или неорганическая часть. Разработана методика пробоподготовки, включающая озоление пробы и частичное удаление органической матрицы. Определены режимы анализа, воспроизводимость измерений и пределы обнаружения для ряда элементов. С помощью синтетического стандартного образца оценены метрологические характеристики метода, указаны основные источники погрешностей измерений.

Изучение образования полиатомных ионов при анализе оксидов редкоземельных элементов на содержание примесей методом масс-спектрометрии с индуктивно-связанной плазмой. *Г.И.Рамендик, А.И.Степанов, П.С.Харитонов, В.П.Карманников. № 8. С. 23-24.*

Определены относительные содержания полиатомных ионов, образующихся при анализе азотнокислых растворов высокочистых оксидов Y, La, Ce, Pr, Nd, Sm, Eu, Gd, Tb, Dy, Ho, Er, Tm, Yb и Lu. Показано, что в стандартных условиях плазмообразования в основном образуются двухзарядные и оксид-ионы, которые не мешают количественному определению примесей, указанных в показателях качества оксидов РЗЭ (ОСТ 48-194-81 – ОСТ 48-208-81). Гидрид- и гидроксид-ионы обуславливают наложения при определении примесей  $CeO_2$  в  $La_2O_3$  и  $Pr_6O_{11}$ ,  $Eu_2O_3$  в  $Sm_2O_3$ ,  $Tb_4O_7$  в  $Gd_2O_3$ ,  $Ho_2O_3$  в  $Dy_2O_3$  и  $Lu_2O_3$  в  $Yb_2O_3$ .

## 2.2. Рентгеноспектральный анализ

Рентгенофлуоресцентный анализ с использованием внутреннего стандарта для учета фона в коротковолновой области. *В.А.Симаков, В.Е.Исаев. № 6. С. 20-23.*

Описан способ учета фона по методу фундаментальных параметров с использованием теоретических интенсивностей рассеяния без привлечения информации о полном составе пробы. Неизвестные массовые коэффициенты ослабления излучения пробой, необходимые для расче-

та теоретических интенсивностей рассеяния, находят с помощью внутреннего стандарта. Проведена экспериментальная проверка предложенного способа при определении иттрия и тория в редкометалльных рудах с внутренним стандартом молибденом.

Рентгеноспектральный микроанализ золуглей Байкальского региона. *Л.Ф.Парадина, Л.А.Павлова. № 6. С. 23-26.*

Методом рентгеноспектрального микроанализа (РСМА) исследован химический состав летучей золы ирша-бординского бурого угля. Проведена идентификация минеральных форм. Обнаружены основные составляющие золы: стеклофаза, кварц, кальцит, полевые шпаты, магнетит, алюмосиликаты, мелилит, частицы угля. Установлено, что Ва и Sr входят как элементы-примеси в стеклофазу. Разработана методика определения методом РСМА бария и стронция в стекловидном веществе. При содержании элементов 0,03 % относительное стандартное отклонение составило 0,3 и 0,6 соответственно. Надежность методики проверена с помощью изготовленных базальтовых стекол, гомогенность и стабильность которых оценена под электронным зондом.

## 2.3. Прочие методы анализа

Определение массовых долей компонентов смеси органических жидкостей методом мультиспектральной компьютерной томографии. *А.Б.Коновалов, П.Л.Волегов, Л.П.Кочегарова, Ю.Л.Дмитраков. № 8. С. 19-22.*

Предложен метод неразрушающего контроля долговременной стабильности содержаний компонентов смеси органических жидкостей, хранящейся в герметичных емкостях. В основе метода – измерения линейного коэффициента ослабления смеси посредством мультиспектральной рентгеновской компьютерной томографии. В качестве примера исследована двухкомпонентная смесь этилового спирта и четыреххлористого углерода. Проведена оценка погрешности метода и сделан вывод о его практической применимости.

Неразрушающий метод определения лантана и церия в высокопористых каталитических блоках. *В.Н.Анцифаров, А.М.Макаров, О.А.Лямина, А.С.Карасик. № 8. С. 25.*

Разработана методика неразрушающего определения оксидов лантана и церия в высокопористых материалах на основе кордиерита и никрома, содержащих покрытие из оксида алюминия. Метод основан на измерении рассеянного бета-излучения радиоизотопного источника стронция-90 и иттрия-90.